

⑬ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑪ **DE 3529962 A1**

⑤ Int. Cl. 4:
C03B 37/018

⑳ Aktenzeichen: P 35 29 962.2
㉔ Anmeldetag: 22. 8. 85
㉕ Offenlegungstag: 5. 3. 87

DE 3529962 A1

㉑ **Anmelder:**

Licentia Patent-Verwaltungs-GmbH, 6000 Frankfurt,
DE

㉒ **Erfinder:**

Klein, Manfred, Dipl.-Phys., 7924 Heroldstatt, DE;
Klein, Werner, Dipl.-Ing., 7910 Neu-Ulm, DE

⑤ **Verfahren zum Herstellen einer Vorform für einen Lichtwellenleiter und Anordnung zur Durchführung des Verfahrens**

Die Erfindung betrifft eine kostengünstige Herstellung von Vorformen für (Quarzglas-)Lichtwellenleiter. Dabei wird eine senkrecht angeordnete Anordnung verwendet, der lediglich gasförmige Reaktionskomponenten, z. B. SiCl_4 und Wasserdampf, zugeführt werden. Ein Trägergas sowie ein Führungsgas sind in beliebigem Verhältnis zumischbar; Gasströme mit einem Anteil von 100% an Reaktionsgas sind möglich. Es können gleichzeitig mehrere Trägerkörper, z. B. Graphitstäbe, mit dotiertem oder undotiertem Glasruß beschichtet werden. Die Abscheidung wird durch Anlegen unterschiedlicher elektrischer Felder unterstützt.

DE 3529962 A1

Patentansprüche

1. Verfahren zum Herstellen einer Vorform für einen Lichtwellenleiter.
 — bei welchem zunächst ein gasförmiges Gemisch erzeugt wird, das zumindest Siliziumtetrachlorid sowie Wasserdampf enthält und aus dem in einem Reaktionsraum dotierter und/oder undotierter Glasruß entsteht,
 — bei welchem das gasförmige Gemisch sowie der Glasruß innerhalb eines gasförmigen Führungsstromes geführt werden und
 — bei welchem der Glasruß mittels eines elektrischen Feldes auf einem stab- oder rohrförmigen Trägerkörper abgeschieden wird.
 dadurch gekennzeichnet.
 — daß das gasförmige Gemisch im wesentlichen diejenigen chemischen Komponenten enthält, aus denen der Glasruß erzeugt wird.
 — daß in mindestens einer der Komponenten eine Auftriebsströmung erzeugt wird, die als Führungsstrom benutzt wird, und daß diese Komponente in einer Menge vorhanden ist, welche wesentlich größer ist als die stöchiometrisch erforderliche Menge,
 — daß die Konzentration der chemischen Komponenten derart gewählt wird, daß zumindest das entstandene, Glasruß enthaltende Aerosol ionisierbar wird,
 — daß zumindest das Aerosol vor dem Abscheiden ionisiert wird und
 — daß mindestens ein Trägerkörper (10) verwendet wird, an den ein elektrisches Potential angelegt wird derart, daß aus dem ionisierten Aerosol der Glasruß abgeschieden wird.
2. Verfahren zum Herstellen einer Vorform nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Konzentration der chemischen Komponenten gesteuert und/oder geregelt wird durch direktes Vergasen und/oder Verdampfen einer entsprechenden vorheizbaren Flüssigkeitsmenge, welche die chemische Komponente enthält.
3. Verfahren zum Herstellen einer Vorform nach Anspruch 1 oder Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Vergasen und/oder Verdampfen durch eine Ultraschallanregung der Flüssigkeitsmenge unterstützt wird.
4. Verfahren zum Herstellen einer Vorform nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet,
 — daß der Reaktionsraum (1) im wesentlichen senkrecht angeordnet wird,
 — daß die Abscheidung des Glasrußes oberhalb des Reaktionsraumes erfolgt und
 — daß zumindest an den Wandungen des Reaktionsraumes eine Auftriebsströmung erzeugt wird, durch die eine unerwünschte Abscheidung des Glasrußes vermieden wird.
5. Verfahren zum Herstellen einer Vorform nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß zumindest die Wandungen des Reaktionsraumes (1) auf eine Temperatur erhitzt werden, die größer ist als diejenige des gasförmigen Gemisches derart, daß an den Wandungen die Auftriebsströmung entsteht.
6. Verfahren zur Herstellung einer Vorform nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet,
 — daß die Komponenten als parallel zu den Wan-

dungen des Reaktionsraumes (1) liegende Schichten ausgebildet werden, die im wesentlichen durch Auftriebskräfte aufwärts strömen, und

— daß die Dichte sowie die Strömungsgeschwindigkeiten benachbarter Schichten derart abgestimmt werden, daß eine im wesentlichen wirbelfreie Aerosolströmung entsteht.

7. Verfahren zur Herstellung einer Vorform nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Komponenten durch Vergasen und/oder Verdampfen in einem Verdampfungsraum erzeugt werden, der derart geformt ist, daß die entstehenden gasförmigen Komponenten im wesentlichen parallel zu den Wandungen des Reaktionsraumes strömen.

8. Anordnung zur Durchführung des Verfahrens nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß in dem Aerosolstrom (6) mindestens zwei drehbare Trägerkörper (10) derart angeordnet sind, daß daran gleichzeitig entlang der Mantellinien Glasruß abgeschieden wird und daß der Aerosolstrom (6) die Trägerkörper (10) im wesentlichen wirbelfrei anströmt.

9. Anordnung nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß drei drehbare Trägerkörper (10) vorhanden sind, deren Drehachsen im wesentlichen parallel zueinander verlaufen und an den Eckpunkten eines drehbaren Dreiecks angeordnet sind, und daß aus dem Aerosolstrom (6) gleichzeitig Glasruß an den Trägerkörpern (10) abgeschieden wird (Fig. 1)

10. Anordnung nach Anspruch 8 oder 9, dadurch gekennzeichnet, daß der Abstand zwischen den Trägerkörpern veränderbar ist und in Abhängigkeit von der Dicke der abgeschiedenen Glasrußschicht steuer- oder regelbar ist.

11. Anordnung nach einem der Ansprüche 8 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß an den Trägerkörpern (10) sowie zusätzlich anbringbaren Elektroden unterschiedliche elektrische Potentiale anliegen derart, daß eine elektrische Linse entsteht, welche eine Erhöhung der Abscheidungsrate des Glasrußes bewirkt.

12. Anordnung nach einem der Ansprüche 8 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß im Bereich der Trägerkörper (10) ein elektrisches Wechselfeld vorhanden ist, welches die Abscheidungsrate des Glasrußes auf den Trägerkörpern (10) erhöht und welches eine Frequenz besitzt, die eine Bahnablenkung sowie eine gegenseitige Beeinflussung der im Aerosolstrom (10) enthaltenen Glasteilchen vermeidet.

13. Anordnung nach einem der Ansprüche 8 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß mindestens eine der gasförmigen Komponenten und/oder das Aerosol elektrisch geladen wird und daß in Verbindung mit dem Wechselfeld eine erhöhte Abscheidung und/oder eine Aussonderung unerwünschter Beimengungen erfolgt.

14. Anordnung nach einem der Ansprüche 8 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß der Aerosolstrom den Trägerkörpern (10) über eine schlitzförmige Düse (8) zugeleitet wird, die derart ausgebildet ist, daß die Trägerkörper im wesentlichen tangential angeströmt werden.

15. Anordnung nach einem der Ansprüche 8 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß oberhalb der Trägerkörper (10) eine Absaugvorrichtung (13) vorhanden ist, durch die eine getrennte Absaugung des Aero-

solstroms sowie des diesen umgebenden Führungsstromes möglich ist und durch die eine Wirbelbildung des Aerosolstromes an den Trägerkörpern vermieden wird.

16. Anordnung nach einem der Ansprüche 8 bis 15, dadurch gekennzeichnet, daß eine laminare Strömung der Komponenten und/oder des Aerosolstromes einstellbar ist durch die Form und/oder Porosität einer Schüttung, durch welche die Komponenten und/oder der Aerosolstrom strömen.

17. Verfahren zur Herstellung einer Vorform nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Komponenten im wesentlichen laminar strömen und daß zwischen den Komponenten geringfügige Unterschiede der Strömungsgeschwindigkeiten derart eingestellt werden, daß eine zur Mittellachse des Aerosolstromes gerichtete Kraft entsteht.

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Herstellen einer Vorform für einen Lichtwellenleiter nach dem Oberbegriff des Patentanspruchs 1 und eine Anordnung zur Durchführung des Verfahrens nach dem Oberbegriff des Patentanspruchs 6.

Ein derartiges Verfahren ist bekannt aus der DE-A 33 26 043. Bei dem dort beschriebenen Verfahren wird ein Aerosolstrom erzeugt, der Quarzglaspartikel (Glasruß) enthält. Diese werden erzeugt gemäß der Formel



Dazu werden die gasförmigen chemischen Komponenten in konzentrisch angeordneten Rohren einem beheizbaren Reaktionsraum zugeführt, in welchem das Siliziumdioxid (SiO_2) in Form von Glasruß innerhalb eines Aerosolstromes entsteht. Dieser wird innerhalb eines aerosolfreien gasförmigen Führungsstromes geführt, um unerwünschte Abscheidungen des Glasrußes zu vermeiden, z. B. an den Wandungen des Reaktionsraumes. Nach dem Verlassen des Reaktionsraumes wird der Aerosolstrom einem drehbaren Trägerkörper zugeleitet, z. B. einem Graphitstab, auf dem Glasruß entlang einer Mantellinie abgeschieden wird. Durch Hinzufügen von geeigneten Dotierstoffen, z. B. gasförmigen Germaniumtetrachlorid (GeCl_4), ist es möglich, dotierten oder undotierten Glasruß zu erzeugen und abzuscheiden, z. B. entsprechend einem gewünschtem Brechzahlprofil des Lichtwellenleiters. Der abgeschiedene Glasruß wird anschließend gesintert, von dem Trägerkörper entfernt, kollabiert, möglicherweise durch ein Quarzglasrohr überfangen und zu einem Lichtwellenleiter ausgezogen.

Dieses Verfahren hat insbesondere den Nachteil, daß ein zusätzlicher Führungsstrom benötigt wird. Dieses ist unwirtschaftlich, denn für große Abscheidungsraten wird ein großvolumiger Reaktionsraum benötigt, der in ungünstiger Weise beheizbar ist. Außerdem entsteht in unwirtschaftlicher Weise eine große Abgasmenge, für die eine kostengünstige Entsorgungseinrichtung benötigt wird.

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein gattungsgemäßes Verfahren und eine gattungsgemäße Anordnung dahingehend zu verbessern, daß eine kostengünstige Herstellung von Vorformen möglich ist.

Diese Aufgabe wird gelöst durch die in den kennzeichnenden Teilen der Patentansprüche 1 und 8 angegebenen Merkmale. Vorteilhafte Ausgestaltungen und/oder Weiterbildungen sind den Unteransprüchen entnehmbar.

Ein erster Vorteil der Erfindung besteht darin, daß ein Aerosolgenerator verwendet wird, der kostengünstig herstellbar ist, insbesondere für lange Vorformen, die z. B. einen Meter lang sind.

Ein zweiter Vorteil besteht darin, daß keine Verdampfer benötigt werden, die als sogenannte "bubblers" ausgebildet sind. Diese sind Gefäße, die teilweise mit der zu verdampfenden Flüssigkeit, z. B. SiCl_4 , gefüllt sind. Durch diese wird ein Trägergas, z. B. O_2 , geleitet, das dann mit der gasförmigen chemischen Komponente, also z. B. gasförmigen SiCl_4 , angereichert wird. Es entsteht also immer eine gasförmige Komponente, die mit Trägergas verdünnt ist. Die Erfindung ermöglicht dagegen gasförmige Komponenten mit einer nahezu beliebigen Konzentration des reagierenden Anteils. Dadurch wird die Reaktionsgeschwindigkeit erheblich vergrößert, der Reaktionsweg wird kleiner und es entstehen dadurch vorteilhafterweise gleichmäßig kleine Glasteilchen. Es ist insbesondere möglich, dampfförmiges Wasser mit hohem Überschuß einzusetzen, so daß eine Reaktion mit 100%-igen Reaktionsgasen möglich ist.

Die Erfindung wird im folgenden anhand von Ausführungsbeispielen näher erläutert unter Bezugnahme auf eine schematische Zeichnung.

Die Fig. 1 und 2 zeigen zwei verschiedene Ausführungsbeispiele.

Fig. 1 zeigt einen nicht maßstäblichen Schnitt durch ein erstes Ausführungsbeispiel. Der Reaktionsraum 1 ist von einer Reaktionskammer 2 umschlossen, die z. B. aus Quarzglas oder Keramik aufgebaut ist und die durch eine Heizung 3 beheizbar ist auf eine Reaktionstemperatur, die z. B. in einem Bereich von 700°C bis 1000°C liegt. Die für die eingangs erwähnte chemische Reaktion erforderlichen gasförmigen Komponenten, z. B. SiCl_4 und H_2O zur Herstellung von undotiertem Glasruß, werden über Verteilerrohre 4, 4' und Strömungswiderstände 5 durch den Boden der Reaktionskammer 2 in den Reaktionsraum 1 geleitet. Dabei bestehen die Strömungswiderstände 5 z. B. aus Quarzglasprofilrohren mit einem rechteckigen Querschnitt, einem Innendurchmesser von ungefähr 20 mm bis 50 mm und einer Länge von ungefähr 300 mm bis 500 mm.

Zur Einstellung des gewünschten Strömungswiderstandes werden die Quarzglasprofilrohre mit unterschiedlichen Füllstoffen gefüllt, z. B. Quarzsand unterschiedlicher Körnung und/oder sogenannten Raschig Ringen. Über Füllmenge und/oder -höhe ist der Strömungswiderstand einstellbar. Es ist sogar möglich, innerhalb eines einzigen Quarzglasprofilrohres die Füllhöhe nach einer vorgebbaren mathematischen Funktion zu ändern, z. B. parabelförmig. Dadurch ist der Einfluß von Strömungswiderständen ausgleichbar, die z. B. durch Reibung an den Wandungen des Reaktionsraumes entstehen. Es ist z. B. eine laminare Strömung einstellbar, die auf ihrer Querschnittsfläche überall im wesentlichen dieselbe Strömungsgeschwindigkeit besitzt. Weiterhin ist dadurch insbesondere die Strömungsgeschwindigkeit an den Begrenzungsgebieten der einzelnen chemischen Komponenten aneinander anpaßbar, so daß dort eine störende Wirbelbildung vermieden wird.

Wird nun in das mittlere Verteilerrohr 4' gasförmiges SiCl_4 geleitet und in die äußeren Verteilerrohre 4 Wasserdampf (H_2O), so entsteht in dem Reaktionsraum 1 ein Aerosolstrom 6, welcher den Glasruß enthält. Es ist vorteilhaft, zwischen den Strömungswiderständen 5 Strömungsleitplatten 7 anzubringen, z. B. Quarzglas- oder Keramikplatten, die eine chemische Reaktion unmittelbar an den Strömungswiderständen 5 verhindern und

dadurch dort eine störende Abscheidung von Glasruß vermeiden. Eine störende Abscheidung von Glasruß an den Innenflächen der Reaktionskammer 2 wird dadurch vermieden, daß im Bereich der Innenflächen eine Auftriebsströmung erzeugt wird, die als Führungsstrom dient. Diese Auftriebsströmung entsteht, wenn die Reaktionskammer 2 eine höhere Temperatur besitzt als der Aerosolstrom 6. Es ist weiterhin zweckmäßig in Längsrichtung der Reaktionskammer 2 ein genau bestimmtes Temperaturprofil einzustellen. Der erforderliche Temperaturgradient ist unter anderem von einer genauen Steuerung oder Regelung der Menge der gasförmigen Komponenten abhängig. Diese werden durch genau bestimmtes Vergasen und/oder Verdampfen aus den entsprechenden Flüssigkeiten hergestellt, z. B. aus flüssigem SiCl_4 sowie Wasser. Dieser Vergasungs- und/oder Verdampfungsvorgang erfolgt z. B. mit derzeit handelsüblichen Vorrichtungen, z. B. sogenannten Ultraschallverneblern. Dieser Vorgang hat den Vorteil, daß kein Transportgas benötigt wird. Dieses ist bei Verdampfern ("bubblers") erforderlich, bei denen das Transportgas durch eine Flüssigkeit geleitet wird.

Der im Reaktionsraum 1 erzeugte Aerosolstrom 6 wird durch eine schlitzförmige Düse 8 geleitet und über einen beheizbaren Führungskanal 9 den drehbar gelagerten Trägerkörpern 10 zugeführt, die z. B. als Graphitstäbe ausgebildet sind mit einem Durchmesser von ungefähr 10 mm und einer Länge von ungefähr einem Meter. Für eine möglichst vollständige Abscheidung des Glasrußes ist es vorteilhaft, mindestens zwei Trägerkörper 10 zu verwenden. Abstand sowie Drehgeschwindigkeit der Trägerkörper 10 werden derart gewählt, daß eine im wesentlichen tangentielle Anströmung an den schraffiert dargestellten Bereichen 11 erreicht wird. Die Abscheidungsrate des Glasrußes wird vergrößert durch eine Anpassung der Breite (Dicke) des Aerosolstromes an den Durchmesser des Trägerkörpers. Es ist zweckmäßig, am Trägerkörper 10 den Anströmpunkt des Aerosolstromes in Abhängigkeit von der abgeschiedenen Dicke des Glasrußes derart zu steuern und/oder zu regeln, daß immer eine im wesentlichen wirbelfreie Strömung erfolgt. Dies ist z. B. durch eine entsprechende Parallelverschiebung der Trägerkörper 10 senkrecht zur Strömungsrichtung des Aerosolstromes 6 möglich, so daß sich der Anströmpunkt von Zentrum zum Rand des Trägerkörpers 10 verlagert. Eine unerwünschte Abscheidung von Glasruß an dem Führungskanal 9 ist vermeidbar durch einen zusätzlichen Führungsstrom 12, z. B. Luft und/oder ein Inertgas, der an der Reaktionskammer 2 in den Führungskanal 9 eingeleitet wird.

Zur weiteren Erhöhung der Abscheidungsrate an den Trägerkörpern 10 ist es zweckmäßig, den Aerosolstrom 6 zu ionisieren und ein entsprechendes elektrisches Potential an die Trägerkörper 10 zu legen. Diese Ionisation ist möglich, da gemäß der eingangs erwähnten Formel in dem Aerosolstrom 6 gasförmiger Chlorwasserstoff (HCl) enthalten ist, dessen Konzentration hoch ist, da kein Transportgas verwendet wird. Die Ionisation ist auf verschiedene Arten möglich, z. B. innerhalb des Führungskanals 9 durch bekannte Ionisationsverfahren wie z. B. Koronaentladungen.

Nicht abgeschiedener Glasruß sowie umweltbelastende Reaktionsprodukte, z. B. gasförmiges HCl , werden durch eine Absaugvorrichtung 13 abgesaugt, in der sich die Trägerkörper 10 befinden. In der Absaugvorrichtung sind Strömungsleitbleche 14 angebracht, die eine störende Wirbelbildung des Aerosolstroms im Bereich der Trägerkörper 10 vermeiden. Die Pfeile 15 be-

zeichnen Abgase, die einer nicht dargestellten Entsorgungsanlage zugeführt werden.

Fig. 2 zeigt ein zweites schematisches dargestelltes Ausführungsbeispiel, das sich von demjenigen der Fig. 1 im wesentlichen durch eine andere Gestaltung der Strömungswiderstände sowie der Absaugvorrichtung unterscheidet. Die in Verdampfern 16 bzw. 16' erzeugten dampfförmigen Komponenten H_2O bzw. SiCl_4 gelangen über Verteilerrohre 4 bis 4' in die zugehörigen Strömungswiderstände 5. Diese enthalten jeweils eine erste Sandschüttung 17 bzw. 17', welche im wesentlichen eine gleichmäßige (homogene) Verteilung der Komponenten bewirkt, sowie eine Aufheizzone 18 bzw. 18', in welcher die Komponenten unterschiedlich lang verweilen. Diese Verweildauer wird z. B. durch die in der mittleren Aufheizzone 18' dargestellten sogenannten Raschig-Ringe eingestellt. Über der Aufheizzone befindet sich jeweils eine zweite Sandschüttung 19 bzw. 19', in der eine genaue Einstellung des erforderlichen Strömungswiderstandes erfolgt, z. B. durch die bereits erwähnte parabelförmige Form der Sandschüttung. Die derart aufbereiteten Komponenten gelangen in den Reaktionsraum 1, in welchem der Aerosolstrom 6 entsteht. Dieser gelangt über eine schlitzförmige Düse 8 auf die zu beschichtenden, beispielsweise zwei Trägerkörper 10, die sich in einer Absaugvorrichtung 13 befinden. Diese besitzt an ihrem unteren Boden eine Filtermatte 20, über die Umgebungsluft angesaugt wird zur Einstellung genau definierter Strömungsverhältnisse. Alternativ dazu ist es beispielsweise möglich, die Absaugleistung der erwähnten Entsorgungsanlage zu steuern und/oder zu regeln, z. B. über einen verschließbaren Rohrstutzen, mit welchem die Menge der angesaugten Umgebungsluft gesteuert und/oder geregelt wird. Die übrigen Bezugszeichen entsprechen denjenigen der Fig. 1.

Es ist zweckmäßig, zwischen den im wesentlichen laminar strömenden Komponenten einen geringen Unterschied der Strömungsgeschwindigkeiten einzustellen. Dadurch tritt an den Grenzschichten möglicherweise eine geringfügige Wirbelbildung auf, die jedoch eine schnelle und vollständige Durchmischung der Komponenten bewirkt und dadurch die Reaktionsstrecke verkürzt. Außerdem entsteht in der Strömung ein Unterdruck, der eine zur Mittelachse des Aerosolstromes gerichtete Kraft bewirkt. Durch diese wird insbesondere ein Abscheiden der Teilchen an dem Reaktionsraum vermieden.

Die Erfindung ist nicht auf das beschriebene Ausführungsbeispiel beschränkt, sondern sinngemäß auf weitere anwendbar. Beispielsweise ist es möglich, die Trägerkörper 10 zusätzlich oder ausschließlich um den Mittelpunkt des Vielecks (hier Dreieck) zu drehen. Außerdem ist es möglich, die Ionisation z. B. durch eine Lichteinwirkung zu erzeugen.

3529962

Nummer:

35 29 962

Int. Cl.4:

C 03 B 37/018

Anmeldetag:

22. August 1985

Offenlegungstag:

5. März 1987

1/2

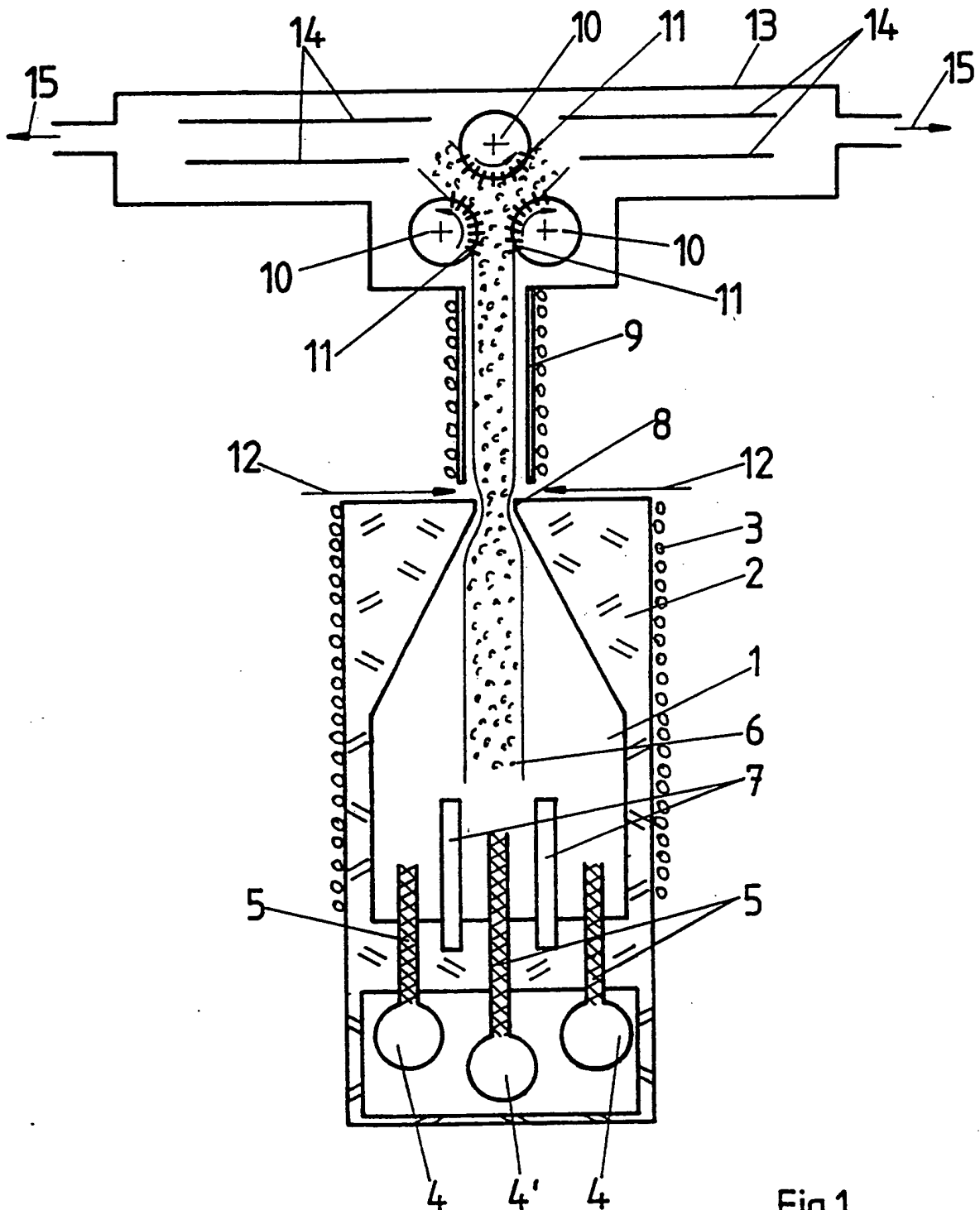


Fig.1

ORIGINAL INSPECTED

608 870/76

UL 85/24

104-35

NA

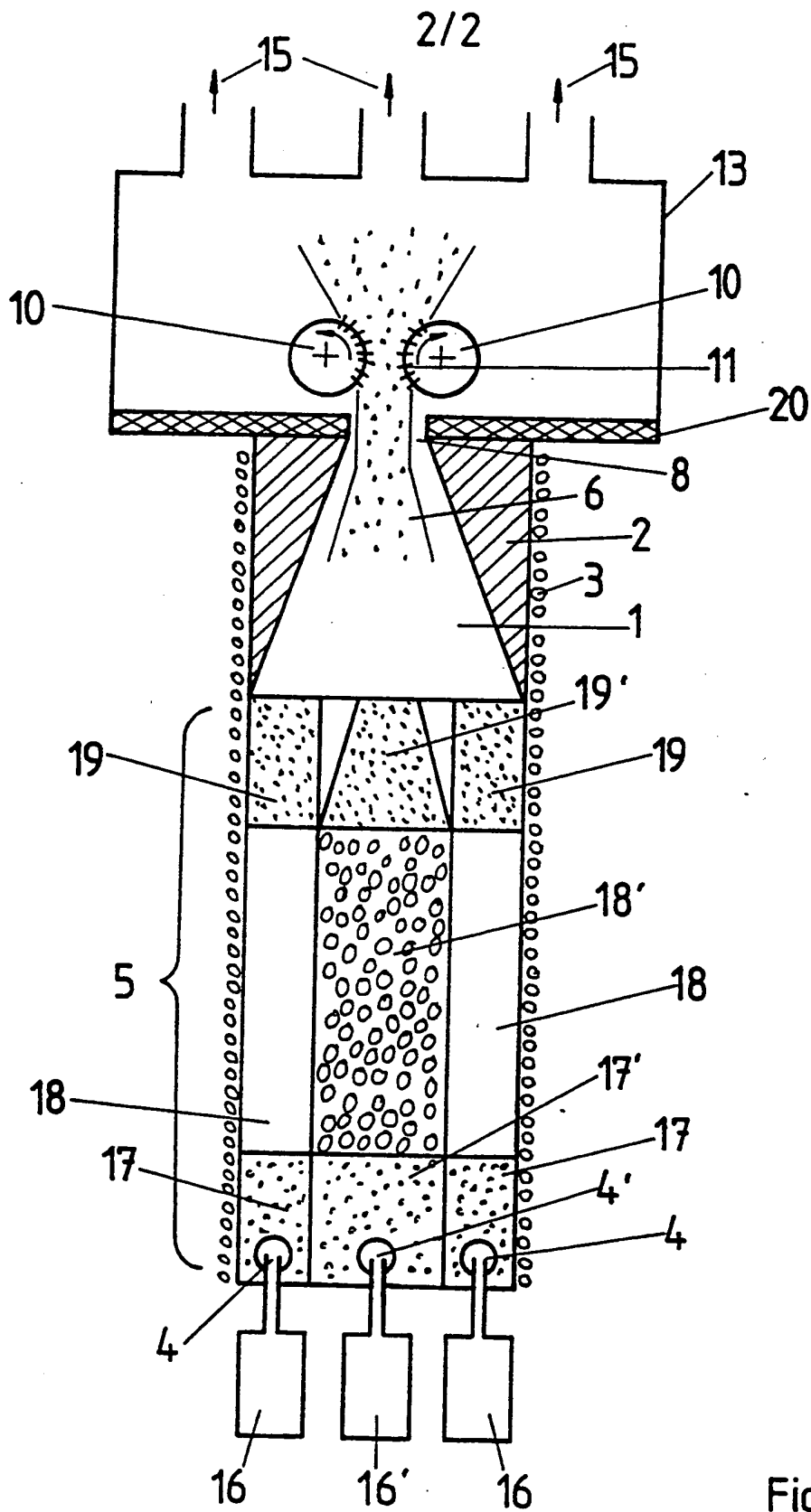


Fig.2